Process for p	preserving solid fodder.		
Patent Number:	EP0275958		
Publication date:	1988-07-27		
Inventor(s):	LUCK ERICH DR; REMMERT KARL-HEINZ		
Applicant(s):	HOECHST AG (DE)		
Requested Patent:	☐ <u>EP0275958</u> , <u>A3</u>		
Application Number:	EP19880100632 19880119		
Priority Number(s):	DE19873701567 19870121		
IPC Classification:	A23K3/00		
EC Classification:	A23K3/03		
Equivalents:	☐ <u>DE3701567</u>		
Cited Documents:	DE2041781; GB1440667; US4083999; DE3028388; DE3412083; GB1452169; DE2653449		
Abstract			
The invention relates to a process for preserving solid fodder with a water content of up to 20% by weight. The preservation is achieved by mixing the fodder with two components, the first component being sorbic acid or sorbate, and the second being a physiologically acceptable acid or an acid salt thereof.			
Data supplied from the esp@cenet database - I2			



11 Veröffentlichungsnummer:

**0 275 958** A2

(2)

## **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(21) Anmeldenummer: 88100632.4

1 Int. Cl.4: A23K 3/00

2 Anmeldetag: 19.01.88

3 Priorität: 21.01.87 DE 3701567

4 Veröffentlichungstag der Anmeldung: 27.07.88 Patentblatt 88/30

Benannte Vertragsstaaten:
AT DE FR NL

Anmelder: HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT Postfach 80 03 20

D-6230 Frankfurt am Main 80(DE)

Erfinder: Remmert, Karl-Heinz Krifteler Strasse 3 D-6238 Hofheim am Taunus(DE) Erfinder: Lück, Erich, Dr. Robert-Stolz-Strasse 102

D-6232 Bad Soden am Taunus(DE)

Verfahren zur Konservierung von festen Futtermitteln.

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Konservierung von festen Futtermitteln mit einem Wassergehalt bis zu 20 Gew.-%. Die Konservierung wird dadurch erreicht, daß man die Futtermittel mit zwei Komponenten vermischt, wobei die erste Komponente Sorbinsäure oder ein Sorbat ist, und die zweite eine pysiologisch unbedenkliche Säure oder deren saures Salz.

EP 0 275 958 A2

Xerox Copy Centre

#### Verfahren zur Konservierung von festen Futtermitteln

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Konservierung von festen Futtermitteln mit einem Wassergehalt bis zu 20 Gew.-%, die als Viehfutter für Nutztiere Verwendung finden. Darunter fallen z.B. Futtermittel für Hühner, Rinder und Schweine.

Nahezu alle organischen Futtermittel sind gute Nährböden für eine mehr oder minder große Zahl lebender Kelme oder zumindest von Sporen unterschiedlicher Art. Obwohl Futtermittel gute Nährböden darstellen, ist die Anwesenheit dieser Mikroorganismen allein nicht hinreichend für einen Verderb. Den Mikroorganismen muß außerdem für ihre Stoffwechseltätigkeit genügend Feuchtigkeit zur Verfügung stehen. Diese Feuchtigkeit ist im allgemeinen von Natur aus in Futtermitteln vorhanden, so daß dadurch und durch Temperatur begünstigt die Mikroorganismen bereits nach relativ kurzer Zeit das Futter verderben. Darüber hinaus besteht bei der Lagerung von Futtermitteln in Silos die Gefahr von Kondenswasserbildung durch Temperaturschwankungen, so daß sich über der Futtermittelschicht eine relativ hohe Luftfeuchtigkeit bildet, die das Wachstum der Mikroorganismen in erheblichem Maße begünstigt.

Es ist bekannt, zur Haltbarmachung von Futtermitteln diese entweder zu trocken oder mit chemischen Konservierungsstoffen zu versetzen. Diese Verfahren verursachen jedoch erhebliche Kosten, die bezogen auf die relativ billigen Futtermittel nicht immer zu vertreten sind.

Ideal wäre eine chemische Konservierung von Futtermitteln, die eine offene Lagerung oder eine Lagerung in Silos für mindestens einige Wochen möglich macht.

Diesem Ideal kommt am nächsten die Sorbinsäure, die wegen ihrer starken Wirkung gegen Schimmelpilze zur Konservierung von vielen Futtermitteln gut geeignet ist. Sorbinsäure ist dennoch bei den billigen Futtermitteln nur beschränkt brauchbar. Dies liegt an dem teilweise hohen pH-Wert der Futtermittel und den starken Nachinfektionen während ihrer Herstellung und Lagerung. Sorbinsäure müßte in hohen Konzentrtionen benutzt werden, was wegen des relativ hohen Preises der Sorbinsäure unwirtschaftlich wäre.

Überraschenderweise wurde nun gefunden, daß man durch Zusatz von Sorbinsäure oder Sorbaten in Kombination mit physiologisch unbedenklichen Säuren oder deren sauren Salzen eine besonders gute Konservierung von festen Futtermitteln erreicht. Dies war nicht naheliegend, da bei der niedrigen Restfeuchte dieser Futtermittel eine ausreichende Dissoziation der Säurungsmittel und folglich eine wirksame Säuerung nicht zu erwarten war.

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Konservierung von festen Futtermitteln mit einem Wassergehalt bis zu 20 Gew.-%, dadurch gekennzeichnet, daß man die Futtermittel mit zwei Komponenten vermischt, wobei als erste Komponente mindestens eine Verbindung der aus Sorbinsäure und den Sorbaten bestehenden Verbindungsklasse eingesetzt wird, und zwar in einer Menge von 1 • 10 <sup>4</sup> bis 4 • 10 <sup>3</sup> Mol pro 100 g unkonservierter Futtermittel, und wobei als zweite Komponente mindestens eine Verbindung der aus physiologisch unbedenklichen Säuren und ihren sauren Salzen bestehenden Verbindungsklasse eingesetzt wird, und zwar in einer Menge von 0,5 bis 5 Gew.-%, bezogen auf unkonservierte Futtermittel.

Als erste Komponente wird Sorbinsäure oder ein oder mehrere Sorbate oder ein Gemisch aus Sorbinsäure mit einem oder mehreren Sorbaten benutzt, vorzugsweise Sorbinsäure oder Kaliumsorbat. Vorzugsweise haben mindestens 80 Gew.-% der Sorbinsäure, insbesondere mindestens 90 Gew.-%, eine Korngröße unter 300 µm.

Die Menge der ersten Komponente beträgt 1 • 10 ⁴ bis 4 • 10 ³ Mol, vorzugsweise 2 • 10 ⁴ bis 2 • 10 ³ Mol, insbesondere 2 • 10 ⁴ bis 1 • 10 ³ Mol pro 100 g unkonservierter Futtermittel. Falls man Sorbinsäure als erste Komponente einsetzt, wäre also die Menge in Gew.-% etwa 0,011 bis 0,44 %, vorzugsweise etwa 0,022 bis 0,22 Gew.-%, insbesondere etwa 0,022 bis 0,11 Gew.-%, bezogen auf unkonservierte Futtermittel.

ã

Als zweite Komponente wird eine physiologisch unbedenkliche Säure oder ein oder mehrere saure Salze derartiger Säuren bzw. ein Gemisch aus derartigen Säuren mit einem oder mehreren sauren Salzen derartiger Säuren benutzt. Geeignet sind z.B. Amidosulfonsäure, Orthophosphorsäure, Salzsäure, Schwefelsäure, saure Salze der Orthophosphorsäure, Hydrogensulfate, Hydrogensulfite, Adipinsäure, Ameisensäure, Citronensäure, Essigsäure, Natriumdiacetat, Fumarsäure, Milchsäure. Propionsäure und Weinsäure. Vorzugsweise verwendet man Amidosulfonsäure, Orthophosphorsäure, Hydrogensulfate, Hydrogensulfite, Adipinsäure, Ameisensäure, Citronensäure, Essigsäure oder Fumarsäure. Die Menge der zweiten Komponente beträgt 0,5 bis 5 Gew.-%, vorzugsweise 1 bis 3 Gew.-%, bezogen auf unkonservierte Futtermittel.

Es ist grundsätzlich bekannt, daß die Wirkung von Sorbinsäure und Sorbaten in flüssigen oder breiigen Medien durch Zusatz von Säuren oder sauren Salzen verbessert wird. Überraschenderweise gilt dies auch für feste Futtermittel.



#### 0 275 958

Dies war nicht naheliegend, da bei der relativ niedrigen Restfeuchte der festen Futtermittel eine ausreichende Dissoziation der Säuerungsmittel nicht zu erwarten war. Der bei der Verwendung der Sorbinsäure oder der Sorbate in Kombination mit sauren Verbindungen zu erreichende konservierende Effekt ist wesentlich größer als aufgrund der bekannten Wirkungen der Einzelkomponenten zu erwarten war.

Die beiden erfindungsgemäß zu verwendenden Komponenten werden gemeinsam oder der Reihe nach mit den Futtermitteln vermischt.

Das erfindungsgemäße Konservierungsverfahren ist wirtschaftlicher als bisherige chemische bzw. physikalische Verfahren.

Die erfindungsgemäß konservierten Futtermittel werden von Schweinen, Rindern und anderen Nutztieren geschmacklich akzeptiert.

Die in den folgenden Beispielen angegebenen Prozente sind stets Gew.-%. Falls flüssige Substanzen als zweite Komponenten der Konservierungsmischung eingesetzt wurden, wie Orthophosphorsäure oder Essigsäure, so wurden diese zuvor in einem Becherglas mit einer Teilmenge des Futtermittels gut vermischt und dann mit der Restmenge des Futtermittels.

#### Vergleichsbeispiel 1

Handelsübliches Ferkelaufzuchtfutter in Mehlform wurde auf einen Feuchtigkeitsgehalt von 14,6 % eingestellt. Zu dem Futter wurden die in der Tabelle aufgeführten Mengen an Sorbinsäure oder Kaliumsorbat gegeben und mit Hilfe eines Handrührgerätes gut vermischt.

Das so behandelte Futtermittel wurde jeweils in halb gefüllten Glasfaschen bei Zimmertemperatur gelagert. Hierbei ergaben sich folgende Haltbarkeiten:

25

15

30

35

40

45

50

55

0 275 958

5	Sorbinsäure oder Sorbat	Zeit bis zum Auftreten von sichtbarem Schimmelbefall
	Kontrollversuch	8 Tage
10	0,025 % Sorbinsäure normaler Korngröße*	11 Tage
15	0,025 % Sorbinsäure feinkörnig**	13 Tage
20	0,035 % Kaliumsorbat	13 Tage
25	0,05 % Sorbinsäure normaler Korngröße**	14 Tage
30	0,05 % Sorbinsäure feinkörnig**	17 Tage
	0,07 % Kaliumsorbat	17 Tage
35		0 μm : 40 %; unter 300 μm : 50 %) 0 μm : 8 %; unter 300 μm : 90 %)
40	Vergleichsbeispiel 2	

Handelsübliches Ferkelaufzuchtfutter in Mehlform mit einem Feuchtigkeitsgehalt von 14,6 % wurde mit folgenden Mengen an Säuren oder sauren Salzen analog zu Vergleichsbeispiel 1 behandelt. Es ergaben sich folgende Haltbarkeiten:



### 0 275 958

	Säure	oder saures Salz	Zeit bis zum Ausichtbarem Schi	
5		Kontrollversuch		Tage
10	2,0 %	Amidosulfonsäure	9	Tage ;
,,,	2,0 %	Orthophosphorsäure	9	Tage
15	2,0 %	Adipinsäure	8	Tage
	2,0 %	Ameisensäure	10	Tage
20	2,0 %	Citronensäure	8	Tage
	2,0 %	Essigsäure	9	Tage
25	2,0 %	Fumarsäure	8	Tage
	2,0 %	Milchsäure	8	Tage
30	2,0 %	Propionsäure	30	Tage
	2,0 %	Weinsäure	8	Tage
35	3,0 %	Natriumdiacetat (CH3COOH	•CH3COONa) 9	Tage
40	3,0 %	Natriumhydrogensulfat	9	Tage
40	3,0 %	Natriumhydrogensulfit	9	Tage
45	3,0 %	saures Natriumpyrophosph	at 8	Tage
50	3,0 %	Superphosphat (2[CaSO <sub>4</sub> •2H <sub>2</sub> O]+Ca(H <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub>		Tage
50				

### Beispiel 1

Handelsübliches Ferkelaufzuchtfutter in Mehlform mit einem Feuchtigkeitsgehalt von 14.6 % wurde mit folgenden Mengen an Konservierungsmischungen analog zu Vergleichsbeispiel 1 behandelt, wobei stets feinkörnige Sorbinsäure (siehe Definition im Vergleichsbeispiel 1) verwendet wurde. Es ergaben sich folgende Haltbarkeiten:

## 0 275 958

	Konservierungsmischung	Zeit bis zum Au sichtbarem Schi	
5	0,025 % Sorbinsäure + 2,0 % Amidosulf	onsäure	18 Tage
	0,025 % Sorbinsäure + 2,0 % Orthophos	phorsäure	20 Tage
10	0,025 % Sorbinsäure + 2,0 % Adipinsäu	re	16 Tage
15	0,025 % Sorbinsäure + 2,0 % Ameisensä	ure	22 Tage
13	0,025 % Sorbinsäure + 2,0 % Citronens	äure	17 Tage
20	0,025 % Sorbinsäure + 2,0 % Essigsäur	<b>e</b> '	20 Tage
	0,025 % Sorbinsäure + 2,0 % Fumarsäur	<b>e</b>	21 Tage
25	0,025 % Sorbinsäure + 2,0 % Milchsäur	e	14 Tage
٠	0,025 % Sorbinsäure + 2,0 % Propionsä	ure mehr	als 1 Monat
30	0,025 % Sorbinsäure + 2,0 % Weinsäure		14 Tage
	0,025 % Sorbinsäure + 3,0 % Natriumdi	acetat	15 Tage
35	0,025 % Sorbinsäure + 3,0 % Natriumhy	drogensulfat	17 Tage
40	0,025 % Sorbinsaure + 3,0 % Natriumhy	drogensulfit	18 Tage
70	0,025 % Sorbinsäure + 3,0 % saures Na	triumpyrophosphat	14 Tage
45	0,025 % Sorbinsäure + 3,0 % Superphos	phat	14 Tage

### Beispiel 2

Handelsübliches Ferkelaufzuchtfutter in Mehlform mit einem Feuchtigkeitsgehalt von 14,6 % wurde mit folgenden Mengen an Konservierungsmischungen analog zu Vergleichsbeispiel 1 behandelt, wobei stets feinkörnige Sorbinsäure (siehe Definition im Vergleichsbeispiel 1) verwendet wurde. Es ergaben sich folgende Haltbarkeiten:

55

#### 0 275 958

	Konservierungsmischung	Zeit bis zum Auftreten sichtbarem Schimmelbefa	-
5	0,05 % Sorbinsaure + 2,0 % Amidosulfonsaure	, mehr als 1 Mo	nat
	0,05 % Sorbinsaure + 2,0 % Orthophosphorsau	re mehr als 1 Mo	nat
10	0,05 % Sorbinsaure + 2,0 % Adipinsaure	30 Tage	
15	0,05 % Sorbinsäure + 2,0 % Ameisensäure	mehr als 1 Mo	nat
	0,05 % Sorbinsäure + 2,0 % Citronensäure	30 Tage	
20	0,05 % Sorbinsäure + 2,0 % Essigsäure	mehr als 1 Mo	nat
	0,05 % Sorbinsäure + 2,0 % Fumarsäure	mehr als 1 Mor	nat
25	0,05 % Sorbinsäure + 2,0 % Milchsäure	24 Tage	
	0,05 % Sorbinsäure + 2,0 % Propionsäure	mehr als 1 Mor	nat
30	0,05 % Sorbinsäure + 2,0 % Weinsäure	20 Tage	
	0,05 % Sorbinsaure + 3,0 % Natriumdiacetat	24 Tage	
35	0,05 % Sorbinsäure + 3,0 % Natriumhydrogens	ulfat mehr als 1 Mo	nat
	0,05 % Sorbinsäure + 3,0 % Natriumhydrogens	ulfit mehr als 1 Mo	nat
40	0,05 % Sorbinsäure + 3,0 % saures Natriumpy	rophosphat 21 Tage	
45	0,05 % Sorbinsäure + 3,0 % Superphosphat	23 Tage	

#### Ansprüche

1. Verfahren zur Konservierung von festen Futtermitteln mit einem Wassergehalt bis zu 20 Gew.-%. dadurch gekennzeichnet, daß man die Futtermittel mit zwei Komponenten vermischt, wobei als erste Komponente mindestens eine Verbindung der aus Sorbinsäure und den Sorbaten bestehenden Verbindungsklasse eingesetzt wird, und zwar in einer Menge von 1 • 10 ⁴ bis 4 • 10 ³ Mol pro 100 g unkonservierter Futtermittel, und wobei als zweite Komponente mindestens eine Verbindung der aus physiologisch unbedenklichen Säuren und ihren sauren Salzen bestehenden Verbindungsklasse eingesetzt wird, und zwar in einer Menge von 0,5 bis 5,0 Gew.-%, bezogen auf unkonservierte Futtermittel.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man als erste Komponente Sorbinsäure oder Kaliumsorbat einsetzt.



- 3. Verfahren nach Anspruch 1. dadurch gekennzeichnet, daß man als erste Komponente Sorbinsäure zusetzt, die zu mindestens 80 Gew.-% eine Komgröße unter 300 µm hat.
- 4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man als erste Komponente Sorbinsäure zusetzt, die zu mindestens 90 Gew.-% eine Komgröße unter 300 μm hat.
- 5. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß man als zweite Komponente Amidosulfonsäure, Orthophosphorsäure, Hydrogensulfate, Hydrogensulfite, Adipinsäure, Ameisensäure, Citronensäure, Essigsäure oder Fumarsäure einsetzt.
- 6. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Menge der ersten Komponente 2 10 ⁴ bis 2 10 ³ Mol pro 100 g unkonservierter Futtermittel beträgt.
- 7. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bls 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Menge der ersten Komponente 2 10 <sup>4</sup> bis 1 10 <sup>3</sup> Mol pro 100 g unkonservierter Futtermittel beträgt.
- 8. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Menge der zweiten Komponente 1 bis 3 Gew.-%, bezogen auf unkonservierte Futtermittel beträgt.

15

20

25

30

35

. .

...

50

55

1) Veröffentlichungsnummer:

**0 275 958** A3

12

## EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: 88100632.4

(1) Int. Cl.4: A23K 3/00

2 Anmeldetag: 19.01.88

Priorität: 21.01.87 DE 3701567

Veröffentlichungstag der Anmeldung: 27.07.88 Patentblatt 88/30

Benannte Vertragsstaaten:
 AT DE FR NL

Veröffentlichungstag des später ver öffentlichten Recherchenberichts: 12.04.89 Patentblatt 89/15 Anmelder: HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT Postfach 80 03 20 D-6230 Frankfurt am Main 80(DE)

② Erfinder: Remmert, Karl-Heinz Krifteler Strasse 3 D-6238 Hofhelm am Taunus(DE) Erfinder: Lück, Erich, Dr. Robert-Stolz-Strasse 102 D-6232 Bad Soden am Taunus(DE)

(S) Verfahren zur Konservierung von festen Futtermittein.

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Konservierung von festen Futtermitteln mit einem Wassergehalt bis zu 20 Gew.-%. Die Konservierung wird dadurch erreicht, daß man die Futtermittel mit zwei Komponenten vermischt, wobei die erste Komponente Sorbinsäure oder ein Sorbat ist, und die zweite eine pysiologisch unbedenkliche Säure oder deren saures Salz.

EP 0 275 958 A3



## EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung

ΕP 88 10 0632

	EINSCHLÄGIG	E DOKUMENTE		
Kategorie	Kennzeichnung des Dokume der maßgeblic	nts mit Angabe, soweit erforderlich, hen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl.4)
X	DE-A-2 041 781 (HO * Seite 10, Anspruc	ECHST) h; Beispiele 2,4,5 *	1,2,5-7	A 23 K 3/00
<b>X</b>	3, Zeilen 14-38.58-	8,33-41,53-59,78-108	1,2,5	
X	US-A-4 083 999 (EA * Anspruch 1; Beisp 4,9,11-15,18-21,26-	iele	1,2,5	
A	DE-A-3 028 388 (H0 * Ansprüche 1,3,9,1 - Seite 7, Zeile 18 Seite 15, Tabelle 3	O; Seite 6, Zeile 20 : Beispiele 3.9:	1,2,5	
A	DE-A-3 412 083 (HO * Ansprüche 1-7; Se	ECHST) ite 6, Zeilen 8-12 *	1-8	
A	GB-A-1 452 169 (FE (LIVESTOCK)) * Ansprüche 1-8 *	ED SERVICE	1,2,5	RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. CI.4
A	DE-A-2 653 449 (BP * Ansprüche 1,4-8; Absatz - Seite 7, Al	Seite 6. letzter	1,2	
			·	
	•			
Der ve	rliegende Recherchenbericht wurd	e für alle Patentansprüche erstellt	-	
DE	Recherchemort N HAAG	Abschlußdatum der Recherche 26-01-1989	DEKE	Profer IREL M.J.

- X: von besonderer Bedeutung allein betrachtet
   Y: von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie
   A: technologischer Hintergrund
   O: nichtschriftliche Offenbarung
   P: Zwischenliteratur

EPO FORM 1503 00.82 (P0403)

- der Ertindung zugrunde liegende Theorien oder Gn
   E: älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder
   nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist
   D: in der Anmeldung angeführtes Dokument
   L: aus andern Gründen angeführtes Dokument

- & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument